

# 反相高效液相色谱法测定牙膏中的甘草次酸

付贵华,詹长玉,程晋祥

(山东省南瑞虹化工仪器有限公司,山东 德州 277500)

**摘 要:**采用反相高效液相色谱法测定了牙膏中的甘草次酸。在 YWG-C<sub>18</sub>(1.0 mm i.d. × 250 mm, 10 μm) 色谱柱上,以甲醇:0.01 mol/L KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> = 85:15(V:V, pH3.0) 的溶液为流动相,流速为 1.0 mL/min,紫外检测波长为 254 nm,室温下检测。甘草次酸用甲醇提取。甘草次酸的回收率为 99.61% ~ 101.67%,方法的相对标准偏差为 1.85% ~ 3.16%。方法操作简便、快速和准确。

**关键词:**反相高效液相色谱法;甘草次酸;牙膏

中图分类号:O658

文献标识号:A

文章编号:1671-8798(2003)S0-0103-02

甘草次酸(glycyrrhetic acid)是从甘草中提取的药用成分。它具有消炎解毒止血及祛痰等多种药效,主要用作医药、食品及日用化工产品添加剂。日本学者最近的研究表明,甘草次酸具有增强艾滋病毒感染者的免疫能力和制止病情传播的作用<sup>[1]</sup>,因此将甘草次酸用作牙膏添加剂受到青睐。在日本,甘草次酸的测定已成为牙膏产品必检项目。甘草次酸通常采用薄层色谱法<sup>[2]</sup>测定,采用高效液相色谱法(HPLC)测定的报道甚少<sup>[3]</sup>,而且所报道的方法干扰大。我们建立了一种用于测定牙膏中甘草次酸的 HPLC 方法,结果令人满意。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与试剂

鲁南瑞虹公司 LC-1000 型高效液相色谱仪,配有 SS962 色谱数据处理机, CQ-50 型超声波清洗器(上海超声波清洗器厂)及离心机等。HPLC 级甲醇(上海吴泾化工厂),甘草次酸标准品购于 Sigma 公司,其他化学试剂等均为分析纯试剂。牙膏样品由江西日化厂试产。

### 1.2 色谱条件

色谱柱为 YWG-C<sub>18</sub>(1.0 mm i.d. × 250 mm, 10 μm, 大连化学物理研究所),以甲醇-0.01 mol/L KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>(体积比 85:15,用磷酸调 pH 3.0)为流动相,流速 1.0 mL/min,室温下操作。紫外检测波长为 254 nm,0.08 AVFS,进样量 15 μL。在该色谱条件下,甘草次酸保留时间为 8.02 min,标准品及样品色谱图参见图 1。

### 1.3 标准工作曲线的制作

准确称取甘草次酸标准品,用甲醇配制质量浓度为 100 mg/L 的储备液。准确移取上述储备液 0.5, 1.0, 2.0, 4.0, 8.0 mL 于 5 只 10 mL 容量瓶中,用甲醇稀释并定容,过滤,进样 15 μL,测其峰面积。以峰面积 Y(μV·s)对其质量浓度 X(mg/L)作图,其线性回归方程为:  $Y = 3.2718 \times 10^3 X + 3075$  ( $r = 0.9997$ ),进一步试验表明其线性范围为 0.1 ~ 100 mg/L。按两

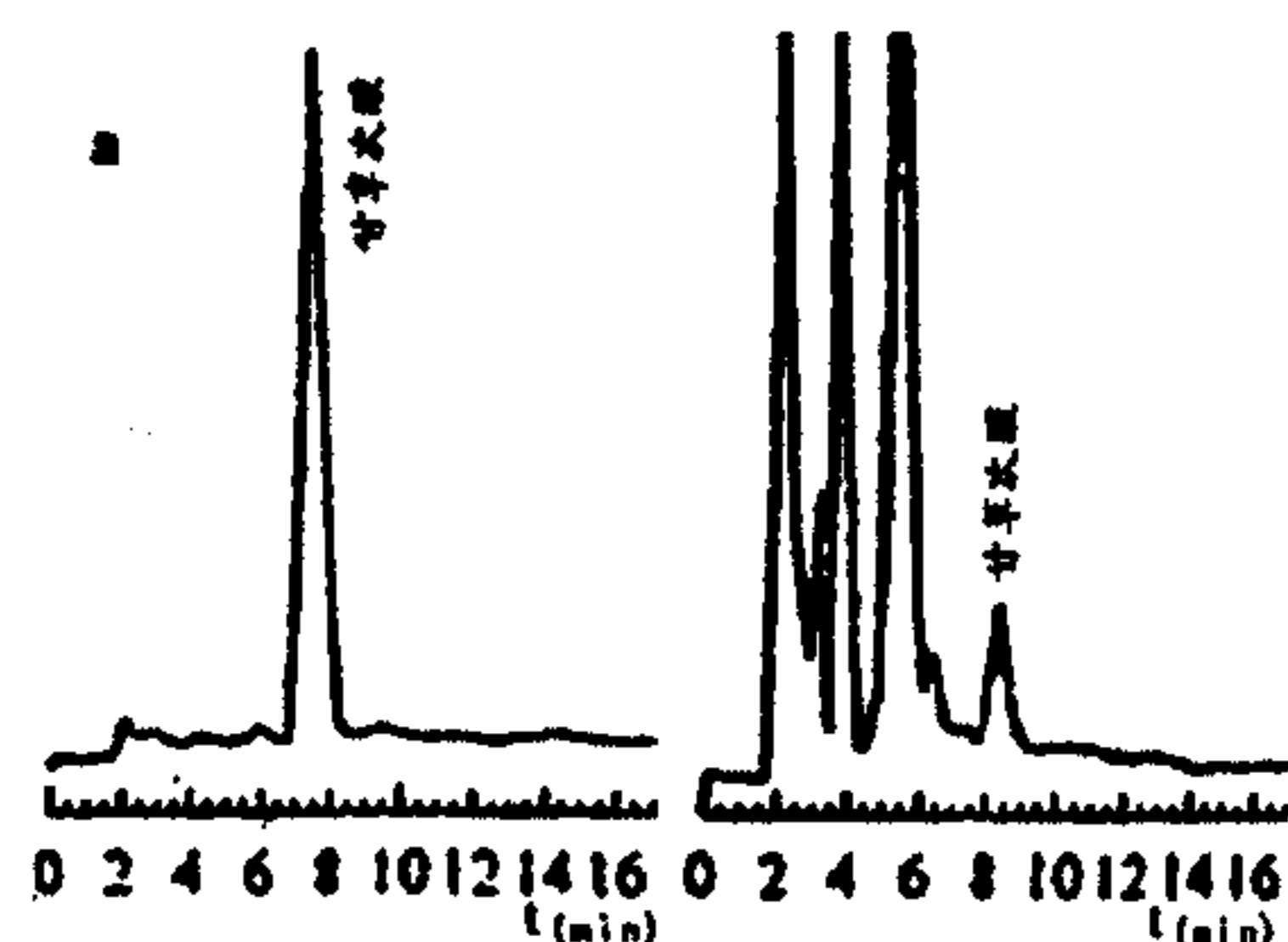


图 1 甘草次酸标准品(a)及牙膏样品(b)的色谱图

收稿日期:2003-10-08

作者简介:付贵华(1970—),男,工程师,山东人,从事色谱仪器开发等方面的研究。

倍于噪声信号推算,甘草次酸最低检测量为 1.5 ng( $S/N=2$ ,进样量 15  $\mu\text{L}$ )。

#### 1.4 样品分析

取牙膏样品 15 g,充分混匀后准确称取 5 g(准确至 0.2 mg),移取 25 mL 甲醇于样品瓶中,超声波处理 10 min,并不时用玻璃棒搅匀,离心(4 000 r/min)5 min,清液转入 50 mL 容量瓶中,用甲醇定容,过滤后进样 15  $\mu\text{L}$ ,测其峰面积,外标法定量。

## 2 结果与讨论

### 2.1 方法回收率试验

取同批号样品 20 g,混匀后称等量样品 3 份,每份 5.0 g,其中 1 份作本底量,另两份分别添加已知量标准品,按 2.4 项处理后测定。分别测出甘草次酸在样品中的质量比,根据检出量计算甘草次酸回收率。回收试验结果见表 1。

表 1 甘草次酸回收试验结果

本底值 (g/kg)	加入值 (g/kg)	实测值 (g/kg) $n=5$	检出值 (g/kg) $n=5$	平均回收率	RSD /%
0.105 6	0.250 5	0.368 1	0.249 0	103.41	2.82
0.105 6	0.512 0	0.608 1	0.502 5	96.91	2.51

表 2 甘草次酸测试结果

批 次	质量比	RSD(%)
1	0.105 6 ~ 0.132 4	2.14 ~ 3.02
2	0.123 8 ~ 0.143 3	1.55 ~ 2.78
3	0.150 6 ~ 0.164 9	2.25 ~ 3.16

### 2.2 样品测试结果

送样共 3 次,每次 5 个样品,共测样品 15 个;每个测 5 次,取平均值。结果见表 2。

### 2.3 流动相的选择

甘草次酸水溶性差,曾试用过甲醇-水作流动相,发现甘草次酸不仅保留时间长且严重拖尾。还试验过乙腈、四氢呋喃等流动相,发现分析物与杂质分高度差。改用甲醇:0.01 mol/L  $\text{KH}_2\text{PO}_4=85:15$ (V:V, pH 3.0) 的溶液作流动相后,分离度及分析时间俱佳,分析全过程为 15 min。

### 2.4 样品处理问题

牙膏基质复杂,本试验用过甲醇:水 = 50:50(V:V)的溶液提取,发现杂质含量高,且组分回收率偏低,可能是水的体积分数大而易把牙膏水溶性杂质带入,不利于分离;另一方面甘草次酸水溶性也欠佳,选用 100% 甲醇超声提取,并加以搅拌才能确保组分提取完全。

综上结果表明,该法灵敏度高、选择性好,适用于牙膏等复杂基体中微量甘草次酸的快速测定,且测试成本较低,易于推广应用。

#### 参考文献:

- [1] 王沛熹,梁廷怡.化工商品科技情报,1993,16(1):12~16
- [2] 洪永福,林厚文,第二军医大学学报,1991,12(2):176~178
- [3] 左 伟,宋茂森,孔素玲等,色谱,1995,13(1):43~44

## The Determination of Glycyrrhetic Acid in Tooth Paste by RP-HPLC

Fu Gui-hua, Zhan Chang-yu, Cheng Jin-xiang

(Shandong Ruihong Analytical Instrumental company, Tengzhou, 277500, China)

**Abstract:** The glycyrrhetic acid in tooth paste was determined by RP-HPLC. A YWG- $\text{C}_{18}$  column was employed in the procedure. By formaldehyde-0.01 mol/L  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ (85:15) as the mobile phase at a flow rate of 1.0 mL/min, the sample was separated and detected at 254 nm with an UV detector. The recovery obtained is in the range of 99.61% ~ 101.67%. the RSD was 1.85 ~ 3.16%. The present method is simple, rapid and accurate.

**Key words:** RP-HPLC; Glycyrrhetic Acid; toothpaste